

(18) 日本特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-154993

(P2002-154993A)

(53) 公開日 平成14年5月28日(2002.5.28)

(51) Int. Cl. ⁷	識別符号	F I	テロッド(参考)
C 0 7 C	15/27	C 0 7 C 15/27	3 K 0 0 7
	75/22	25/22	4 C 0 5 b
	43/21	43/21	4 H 0 0 6
	211/53	211/53	
	211/58	211/58	

審査請求 未請求 請求項の範囲29 O L (全175頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-243308(P2001-243308)	(71) 出願人	00000587 三井化学株式会社 東京都千代田区豊町三丁目2番5号
(32) 出願日	平成13年8月10日(2001.8.10)	(72) 発明者	石田 勇 千葉県袖ヶ浦市長館580番32 三井化学株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2000-242476(P2000-242476)	(72) 発明者	島村 武彦 千葉県袖ヶ浦市長館580番32 三井化学株式会社内
(32) 優先日	平成12年8月10日(2000.8.10)	(74) 代理人	100076813 弁護士 菅村 新一
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願2000-288558(P2000-288558)		
(32) 優先日	平成12年9月5日(2000.9.5)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化水素化合物、有機電界発光素子用材料および有機電界発光素子

(57) 【要約】

【課題】 発光効率に優れた、発光寿命の長い有機電界発光素子

【解決手段】 一対の電極間に、アントラセン環とフルオレン環が直接結合している新規な炭化水素化合物を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子であり、該化合物は発光素子に好適に使用でき、発光効率に優れた、発光寿命の長い有機電界発光素子を提供する。

(71) 出願人

00000587

三井化学株式会社

東京都千代田区豊町三丁目2番5号

(72) 発明者

石田 勇

千葉県袖ヶ浦市長館580番32

三井化学株式会社内

(72) 発明者

島村 武彦

千葉県袖ヶ浦市長館580番32

三井化学株式会社内

(74) 代理人

100076813

弁護士 菅村 新一

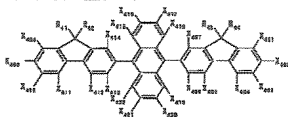
(13) 002-154993 (P2002-154993A)

キル基を表し、 A_{31} および A_{32} はそれぞれ独立に置換または未置換のアリール基を表し、 Z_{31} および Z_{32} はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール

基を表す。

【請求項17】 一般式(4)で表される炭化水素化合物。

【化3】



(4)

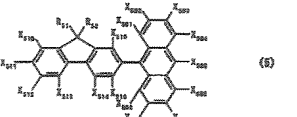
(式中、 $R_{41} \sim R_{44}$ はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 $X_{401} \sim X_{422}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアミノ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。但し、 $R_{41} \sim R_{44}$ および $X_{401} \sim X_{422}$ はアントリル基およびフルオレニル基ではない。)

(式中、 R_{51} および R_{52} はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 $X_{501} \sim X_{516}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアミノ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。但し、 R_{51} 、 R_{52} および $X_{501} \sim X_{516}$ はアントリル基およびフルオレニル基ではない。)

【請求項18】 X_{415} 、 X_{418} 、 X_{419} および X_{422} が水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基である請求項17記載の炭化水素化合物。

【請求項19】 一般式(5)で表される炭化水素化合物。

【化4】



(5)

(式中、 R_{61} および R_{62} はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 A_{61} は、置換または未置換のアリール基を表し、 Z_{61} および Z_{62} はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。)

【請求項23】 請求項1乃至22のいずれか1項に記載の有機電界発光素子用材料。

【請求項24】 一対の電極間に、請求項23記載の有機電界発光素子用材料を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子。

【請求項25】 請求項23記載の有機電界発光素子用

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アントラセン環とフルオレン環が直接結合している炭化水素化合物。

【請求項2】 フルオレン環が9位以外の位置で結合し

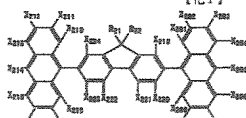
$X_1 - (F_1)_j - (A_1)_k - (F_2)_l - (A_2)_m - (F_3)_n - X_2$

(1)

(式中、 A_1 および A_2 はそれぞれ独立に、置換または未置換のアントラセンジール基を表し、 F_1 、 F_2 および F_3 はそれぞれ独立に、置換または未置換のフルオレンジール基を表し、 X_1 および X_2 はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 J 、 m および n は0または1を表し、 k および l は1または2を表し、 k が2であるとき A_1 両士は同一でも異なるものであってもよく、 l が2であるとき F_2 両士は同一でも異なるものであってもよい。)

【請求項4】 k が1である請求項3記載の炭化水素化合物。

【請求項5】 A_1 および A_2 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_1 、 F_2 および F_3 がフルオレン-2、7-ジール基である請求項3記載の炭化水素化合物。



(6)

(式中、 R_{21} および R_{22} はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 $X_{201} \sim X_{224}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアミノ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。但し、 R_{21} 、 R_{22} および $X_{201} \sim X_{224}$ はアントリル基およびフルオレニル基ではない。)

【請求項13】 X_{205} および X_{214} がハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基である請求項12記載の炭化水素化合物。

【請求項14】 X_{205} および X_{214} がハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換の炭素環式芳香族基である請求項12記載の炭化水素化合物。

ている請求項1記載の炭化水素化合物。

【請求項3】 一般式(1)で表される炭化水素化合物。

【請求項6】 J および n が0であり、 l が1であり、 $k+m$ が2である請求項3記載の炭化水素化合物。

【請求項7】 A_1 および A_2 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_2 がフルオレン-2、7-ジール基である請求項6記載の炭化水素化合物。

【請求項8】 $J+1+n$ が2であり、 k が1であり、 m が0である請求項3記載の炭化水素化合物。

【請求項9】 A_2 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_1 、 F_2 および F_3 がフルオレン-2、7-ジール基である請求項8記載の炭化水素化合物。

【請求項10】 J 、 m および n が0であり、 k および l が1である請求項3記載の炭化水素化合物。

【請求項11】 A_1 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_2 がフルオレン-2、7-ジール基である請求項10記載の炭化水素化合物。

【請求項12】 一般式(2)で表される炭化水素化合物。

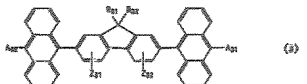
【化1】



【請求項15】 X_{201} 、 X_{204} 、 X_{206} 、 X_{209} 、 X_{210} 、 X_{215} 、 X_{215} および X_{215} が水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基である請求項12記載の炭化水素化合物。

【請求項16】 一般式(3)で表される炭化水素化合物。

【化2】



(8)

(式中、 R_{51} および R_{52} はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアル

(14) 002-154993 (P2002-154993A)

材料を含有する層が、発光層である請求項24記載の有機電界発光素子。

【請求項26】 請求項23記載の有機電界発光素子用材料を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを特徴とする請求項24または25記載の有機電界発光素子。

【請求項27】 請求項23記載の有機電界発光素子用材料を含有する層が、さらに、トリアルール金属錯体を含有することを特徴とする請求項24または25記載の有機電界発光素子。

【請求項28】 一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する請求項24乃至27のいずれか1項に記載の有機電界発光素子。

【請求項29】 一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する請求項24乃至28のいずれか1項に記載の有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、有機電界発光素子および該発光素子に好適に使用できる有機電界発光素子用材料に関する。有機電界発光素子は、数V〜数十V程度の

【従来の技術】 従来、無機電界発光素子は、例えば、バックライトなどのパネル型光源として使用されてきたが、該発光素子を駆動させるには、交流の高電圧が必要である。最近になり、発光材料に有機材料を用いた有機電界発光素子(有機エレクトロルミネッセンス素子;有機EL素子)が開発された(Appl. Phys. Lett., 51, 913(1987))。有機電界発光素子は、発光機能を有する化合物を含む得膜を、両極と陰極間に挟持された構造を有し、該得膜に電圧および正孔(ホール)を注入して、再結合させることにより陽起子(エキシトン)を生成させ、この陽起子が失活する際に放出される光を利用して発光する素子である。有機電界発光素子は、数V〜数十V程度の

$X_1 - (F_1)_j - (A_1)_k - (F_2)_l - (A_2)_m - (F_3)_n - X_2$

(1)

(式中、 A_1 および A_2 はそれぞれ独立に、置換または未置換のアントラセンジール基を表し、 F_1 、 F_2 および F_3 はそれぞれ独立に、置換または未置換のフルオレンジール基を表し、 X_1 および X_2 はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアルコキシ基を表し、 J 、 m および n は0または1を表し、 k および l は1または2を表し、 k が2であるとき A_1 両士は同一でも異なるものであってもよく、 l が2であるとき F_2 両士は同一でも異なるものであってもよい。)

(4) k が1である請求項3記載の炭化水素化合物。

(5) A_1 および A_2 がアントラセン-9、10-ジ

ル基であり、 F_1 、 F_2 および F_3 がフルオレン-2、7-ジール基である4項に記載の炭化水素化合物。

(6) J および n が0であり、 l が1であり、 $k+m$ が2である3項に記載の炭化水素化合物。

(7) A_1 および A_2 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_2 がフルオレン-2、7-ジール基である6項に記載の炭化水素化合物。

(8) $J+1+n$ が2であり、 k が1であり、 m が0である3項に記載の炭化水素化合物。

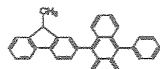
(9) A_1 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_1 、 F_2 および F_3 がフルオレン-2、7-ジール基である8項に記載の炭化水素化合物。

(10) J 、 m および n が0であり、 k および l が1である3項に記載の炭化水素化合物。

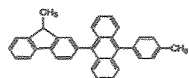
(11) A_1 がアントラセン-9、10-ジール基であり、 F_2 がフルオレン-2、7

例示化合物番号

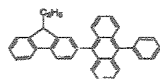
A-1



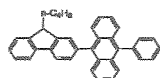
A-2



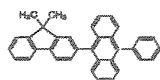
A-3



A-4



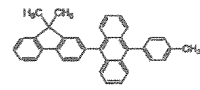
A-5



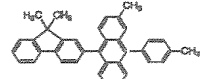
【0031】

【化15】

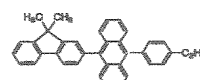
A-6



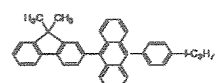
A-7



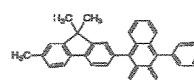
A-8



A-9



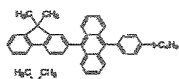
A-10



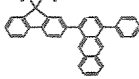
【0032】

【化16】

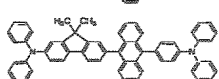
A-11



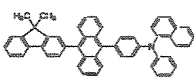
A-12



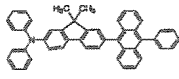
A-13



A-14



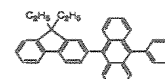
A-15



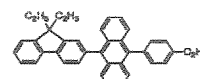
【0033】

【化17】

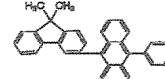
A-16



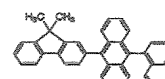
A-17



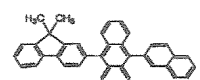
A-18



A-19

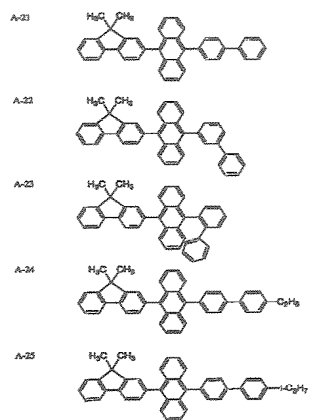


A-20



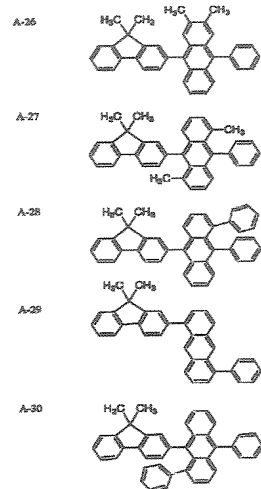
【0034】

【化18】



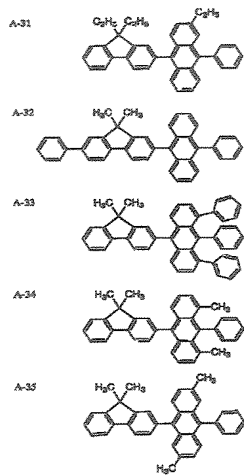
【0035】

【化19】



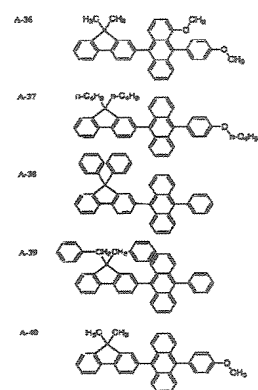
【0036】

【化20】



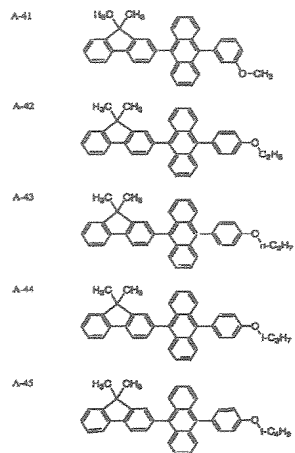
【0037】

【化21】



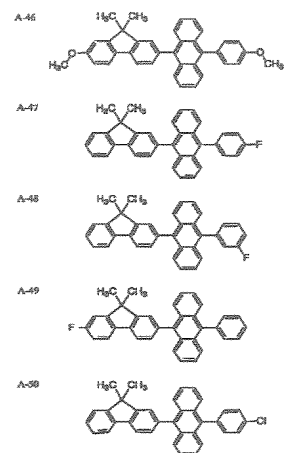
【0038】

【化22】



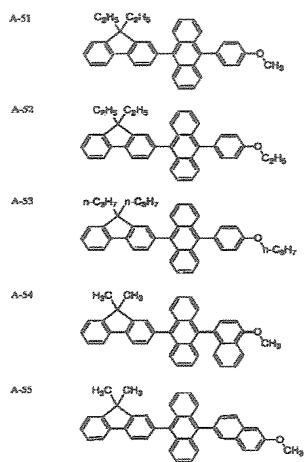
[0039]

[化23]



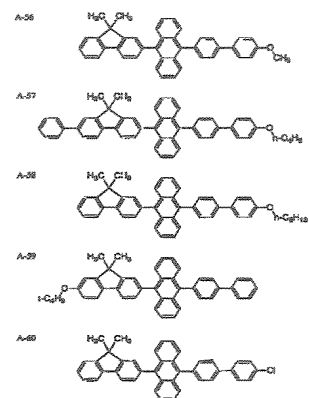
[0040]

[化24]



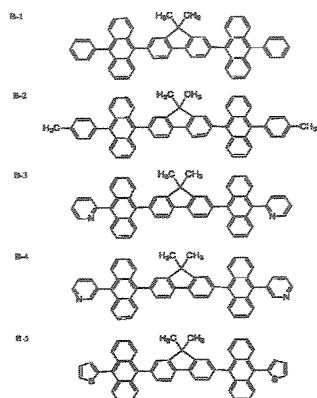
[0041]

[化25]



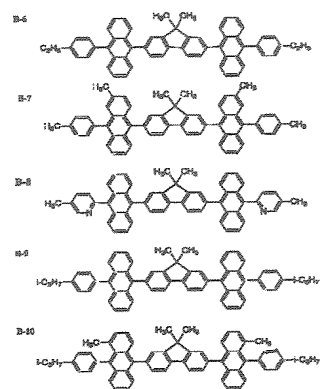
[0042]

[化26]



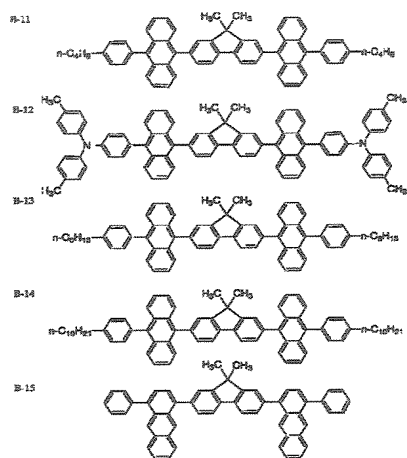
【0043】

【化27】



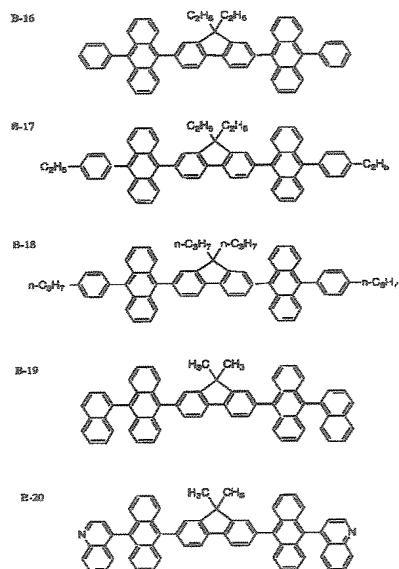
【0044】

【化28】



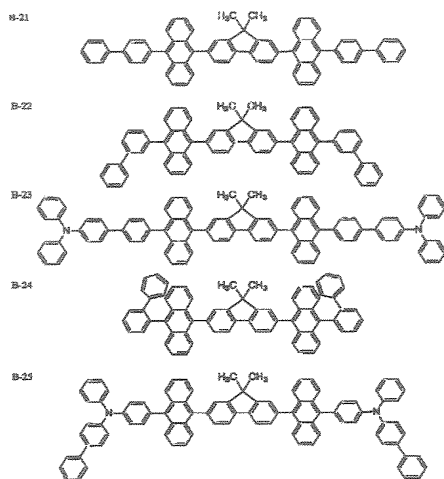
【0045】

【化29】



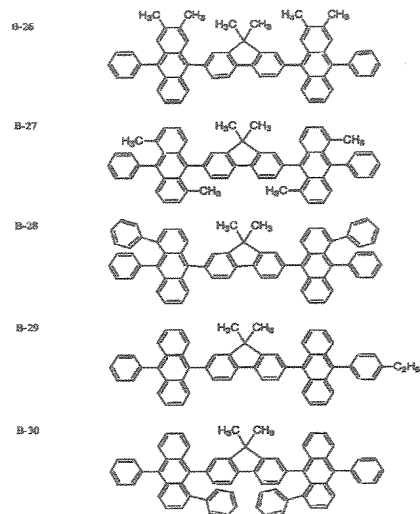
【0046】

【化30】



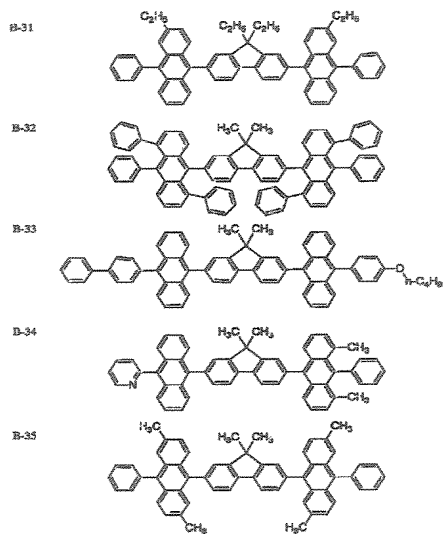
[0047]

[化31]



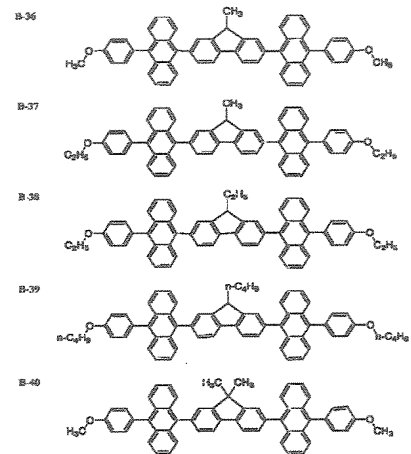
[0048]

[化32]



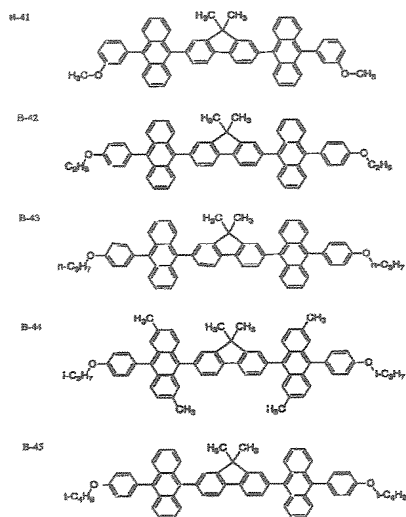
[0049]

[化33]



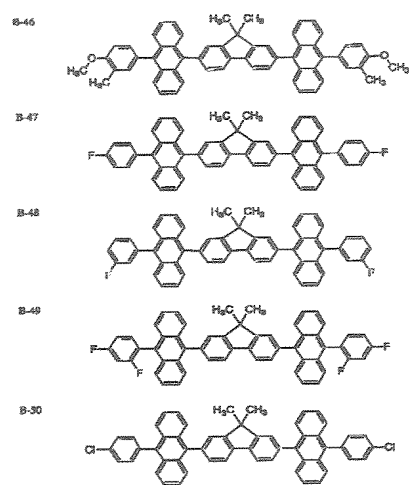
[0050]

[化34]



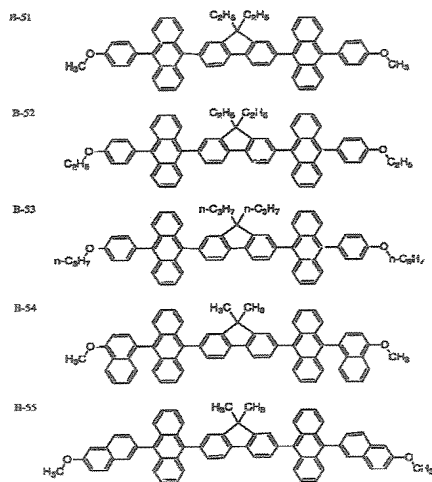
[0051]

【化35】



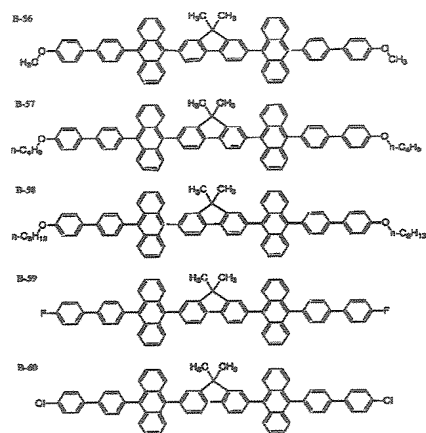
[0052]

【化36】



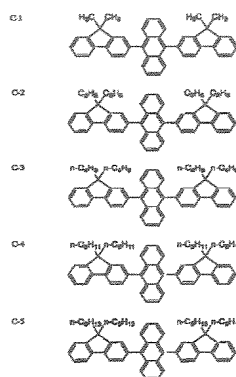
[0053]

【化37】



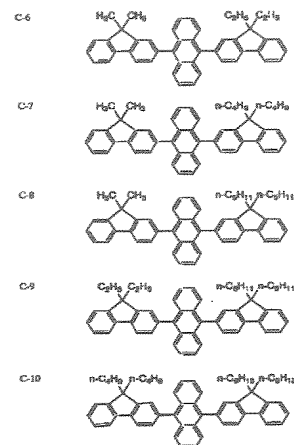
[0054]

【化38】



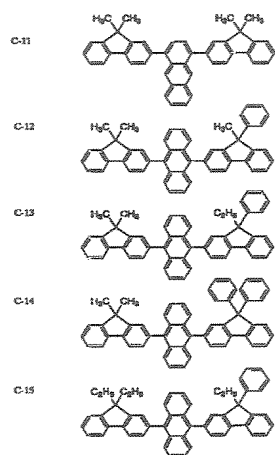
{0055}

【化39】



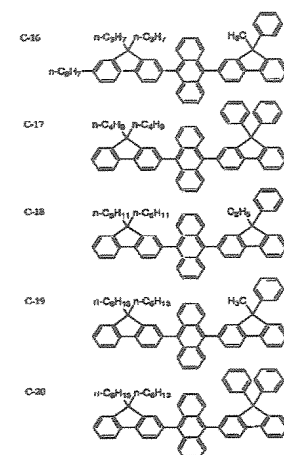
{0056}

【化40】



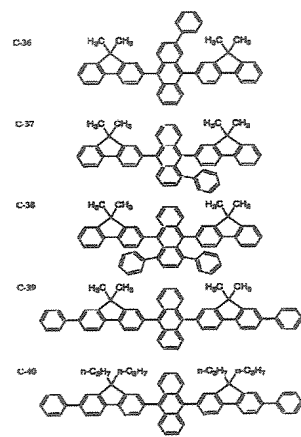
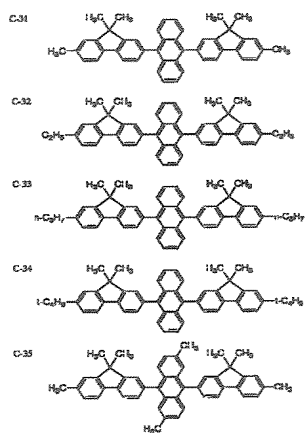
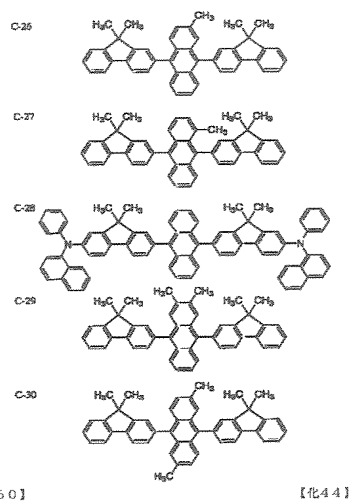
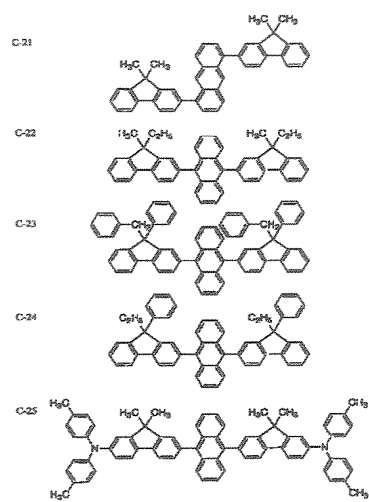
{0057}

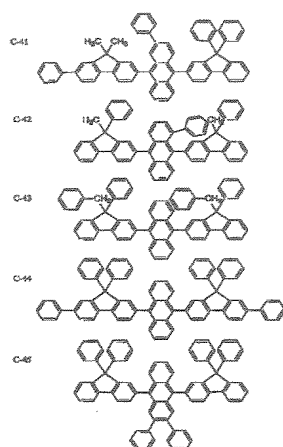
【化41】



{0058}

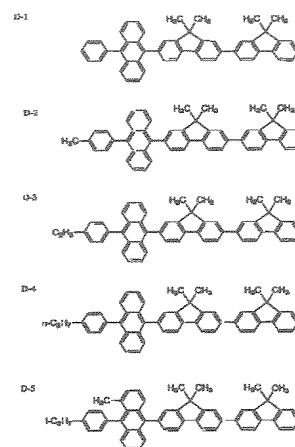
【化42】





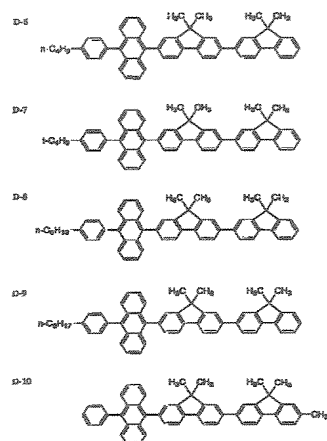
【0063】

【化47】



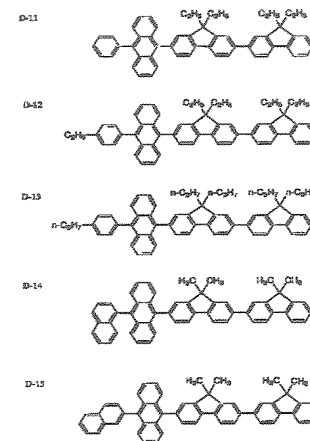
【0064】

【化48】



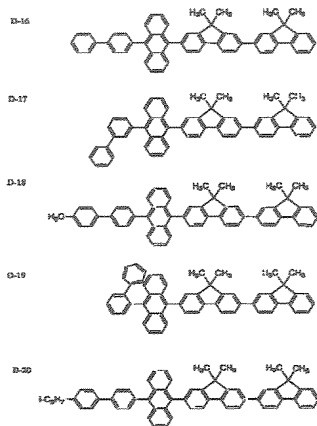
【0065】

【化49】



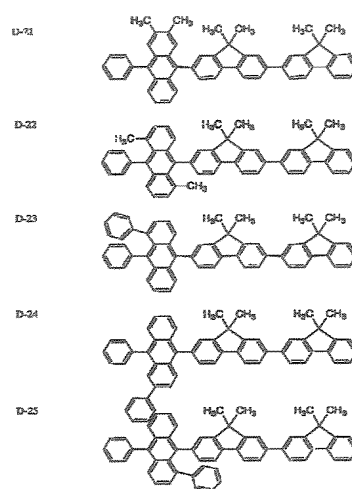
【0066】

【化50】



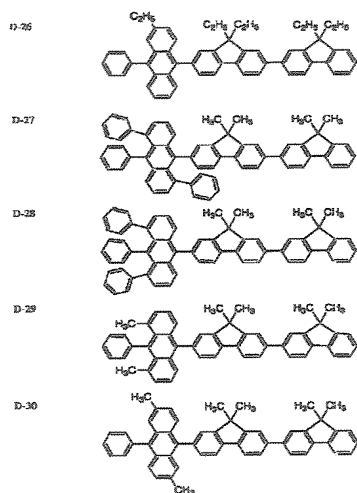
[0067]

【化51】



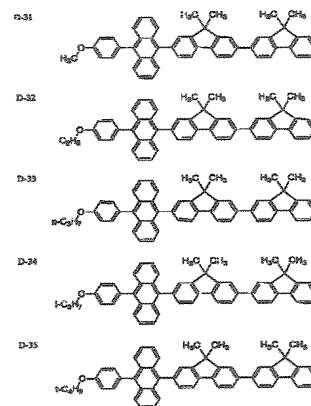
[0068]

【化52】



[0069]

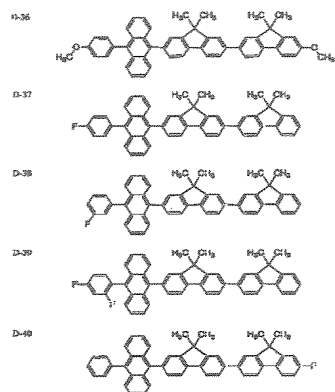
【化53】



[0070]

【化54】

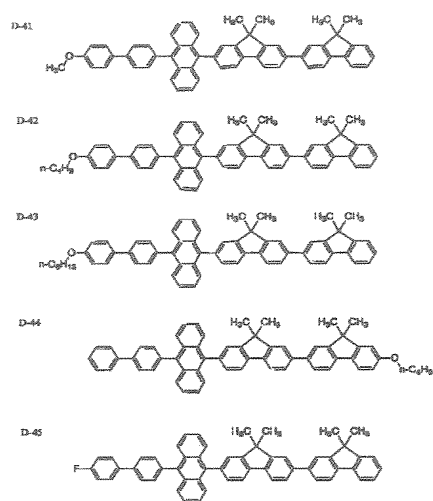
(53) 102-154993 (P2002-154993A)



[0071]

[化55]

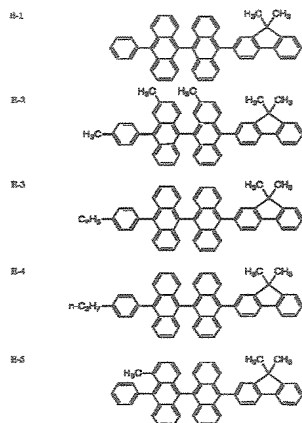
(54) 102-154993 (P2002-154993A)



[0072]

[化56]

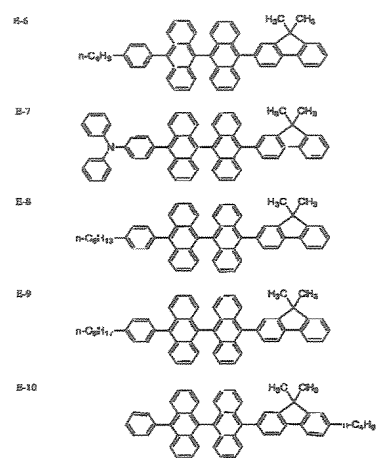
(55) 102-154993 (P2002-154993A)



[0073]

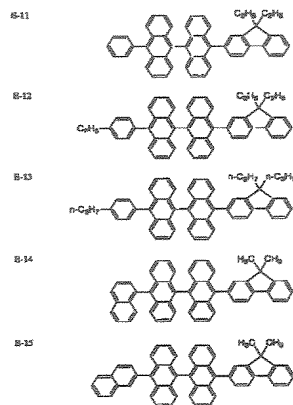
[化57]

(56) 102-154993 (P2002-154993A)



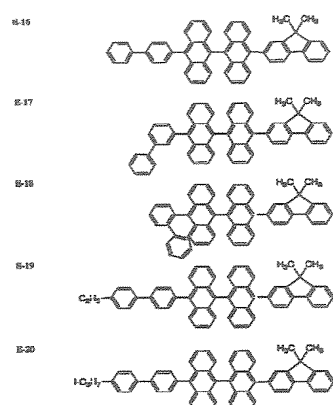
[0074]

[化58]



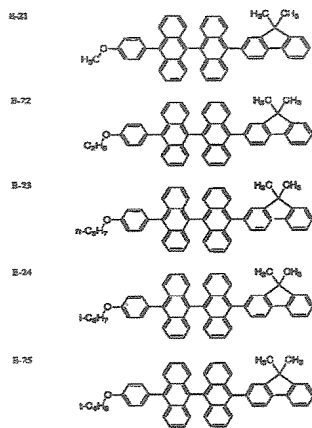
[0075]

【化59】



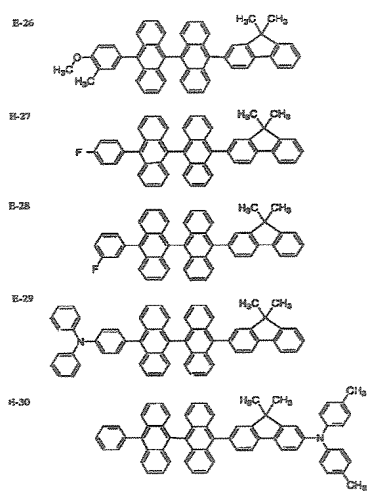
[0076]

【化60】



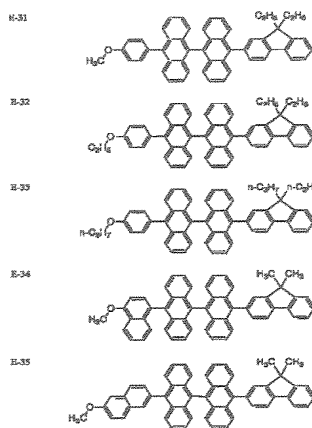
[0077]

【化61】



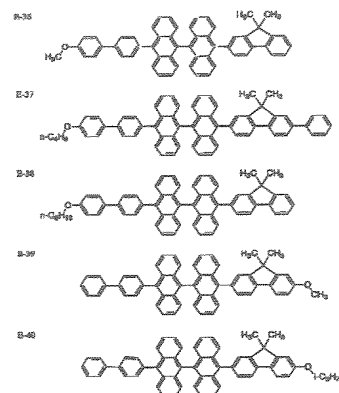
[0078]

【化62】



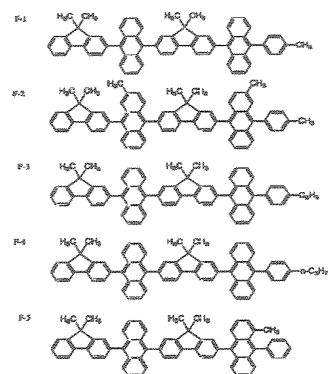
[0079]

[化63]



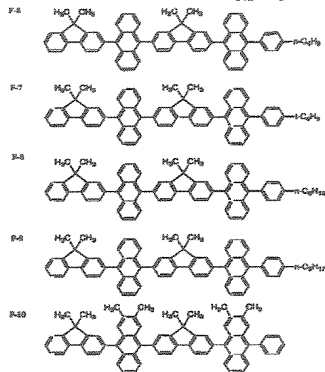
[0080]

[化64]



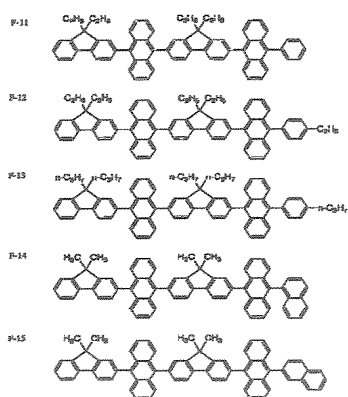
[0081]

[化65]



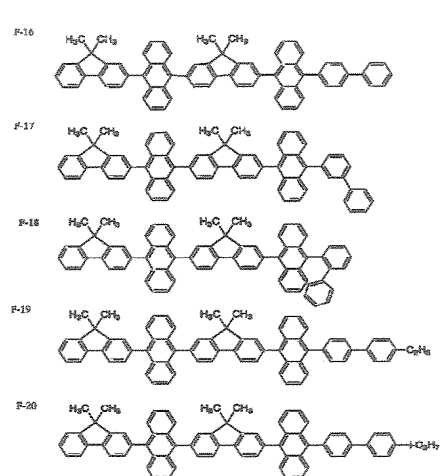
[0082]

[化66]



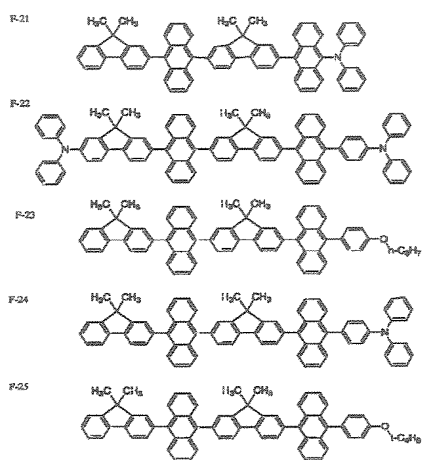
[0083]

[化67]



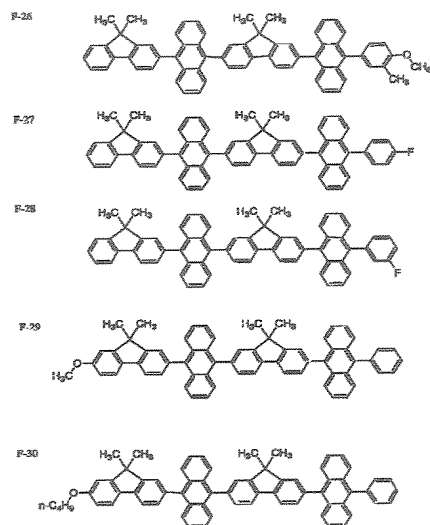
[0084]

[化68]



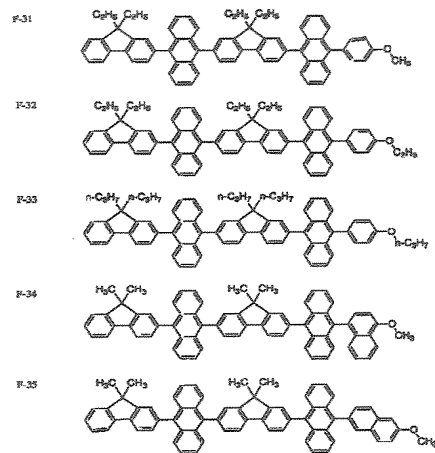
[0085]

【化69】



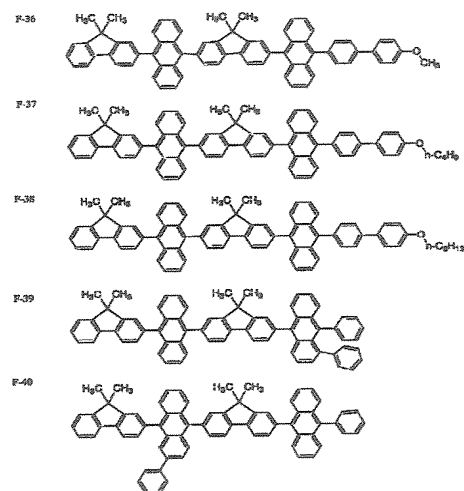
[0086]

【化70】



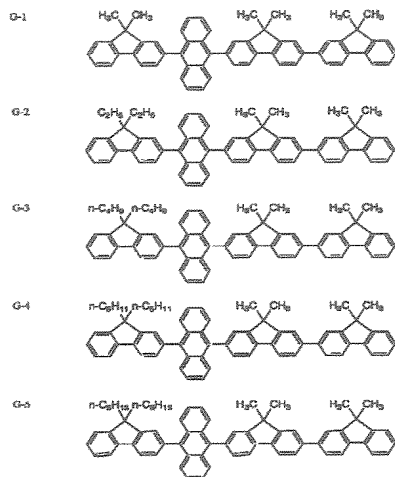
[0087]

【化71】



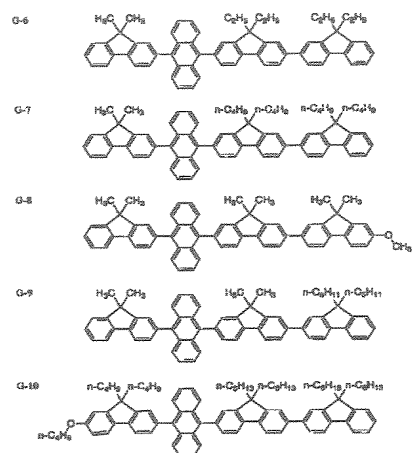
[0088]

【化72】



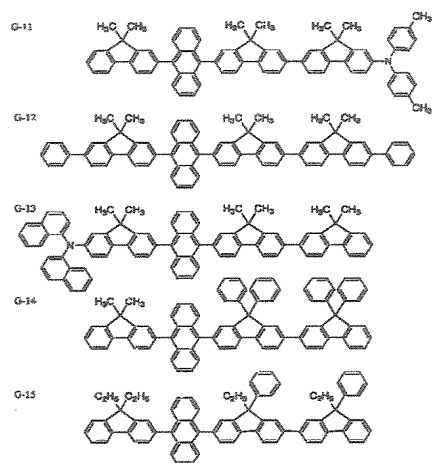
[0089]

[化73]



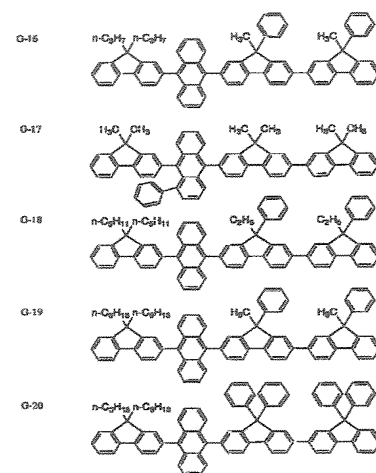
[0090]

[化74]



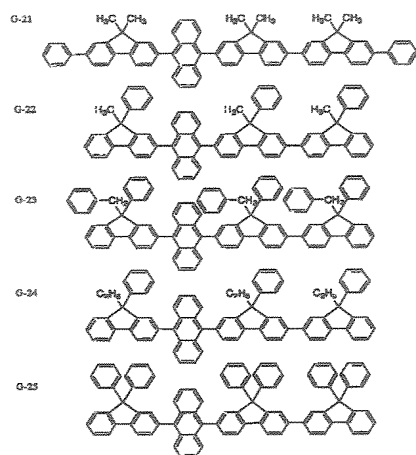
[0091]

[化75]



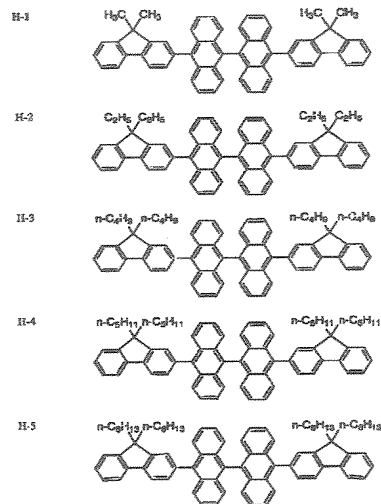
[0092]

[化76]



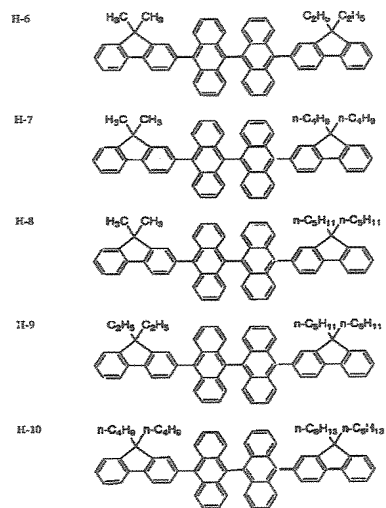
[0093]

[化77]



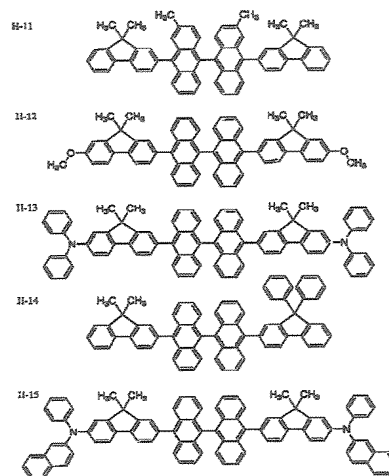
[0094]

[化78]



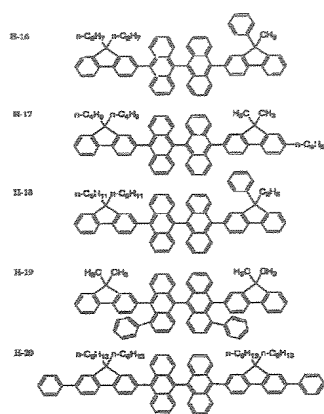
[0095]

[化79]



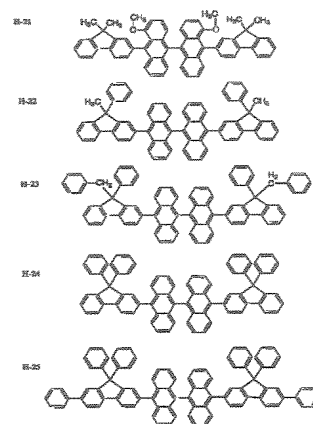
[0096]

[化80]



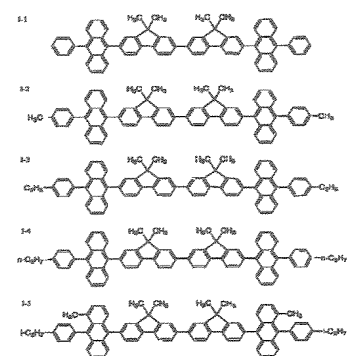
[0097]

【化81】



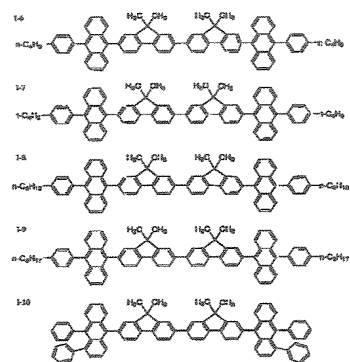
[0098]

【化82】



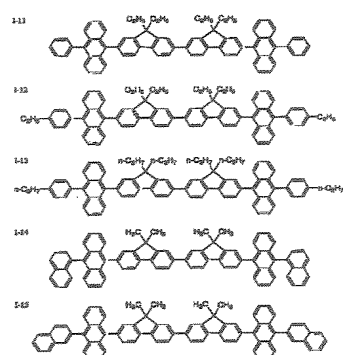
[0099]

【化83】



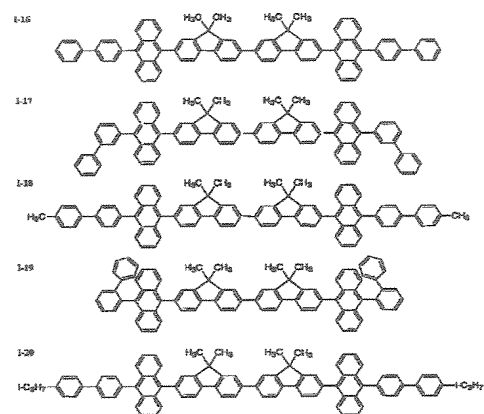
[0100]

【化84】



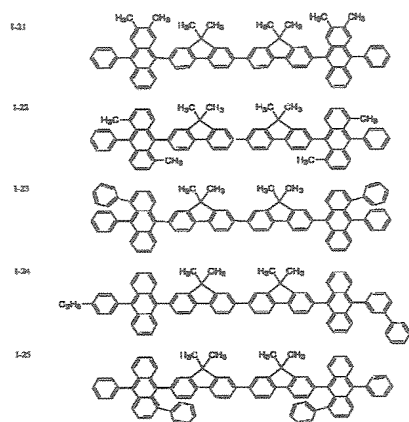
[0101]

【化85】



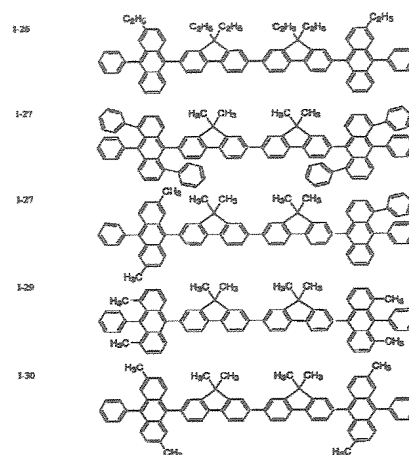
[0102]

【化86】



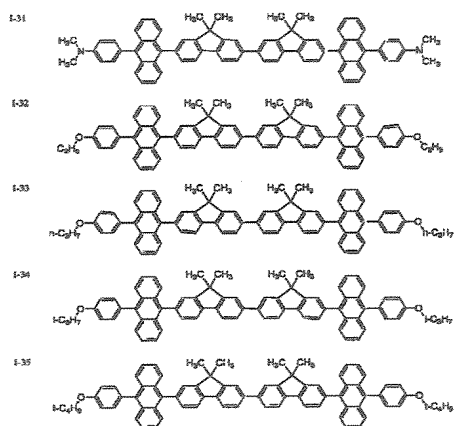
【0103】

【化87】



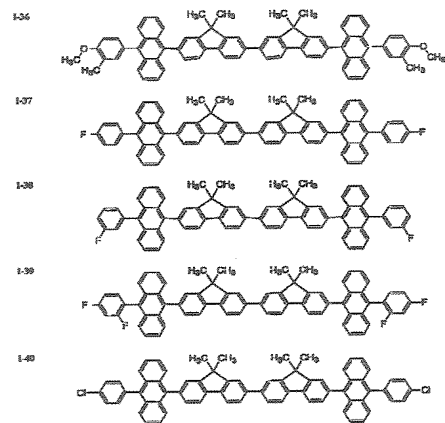
【0104】

【化88】



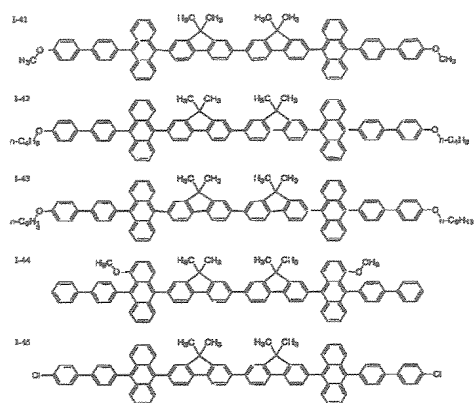
【0105】

【化89】



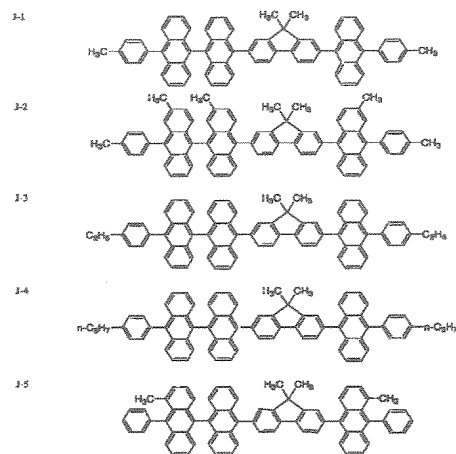
【0106】

【化90】



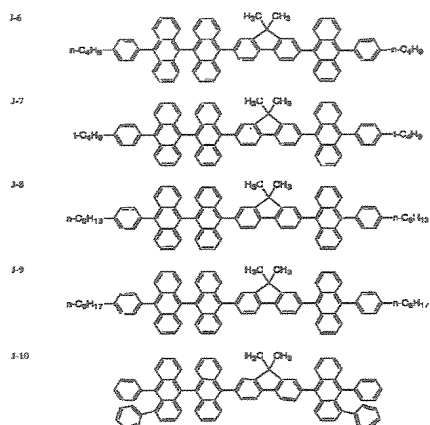
[0107]

[化91]



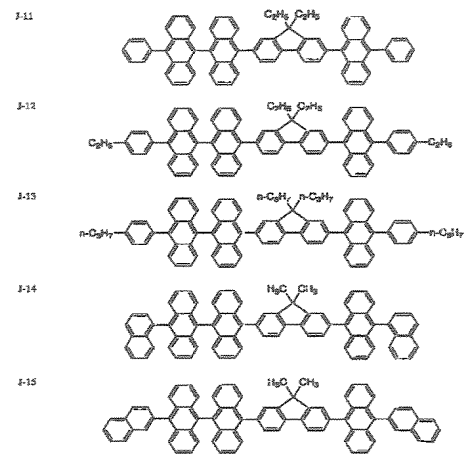
[0108]

[化92]



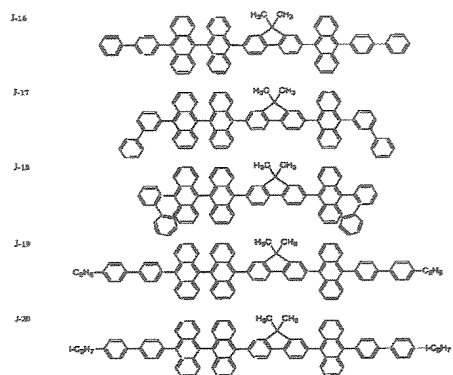
[0109]

[化93]



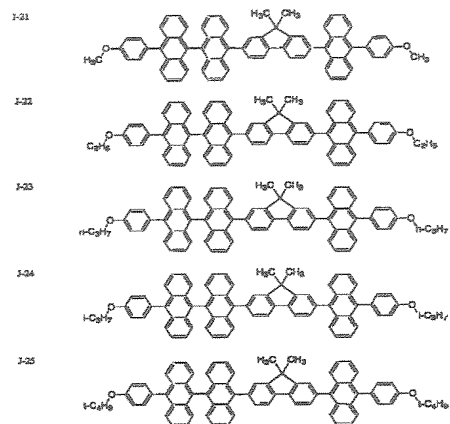
[0110]

[化94]



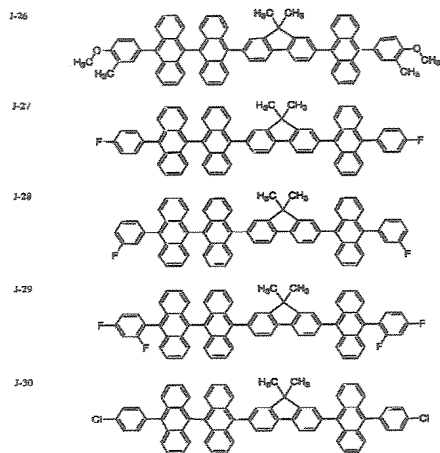
【0111】

【化95】



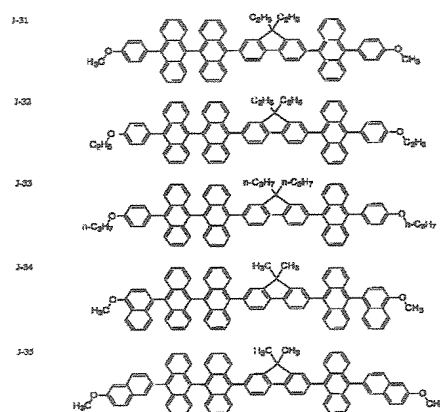
【0112】

【化96】



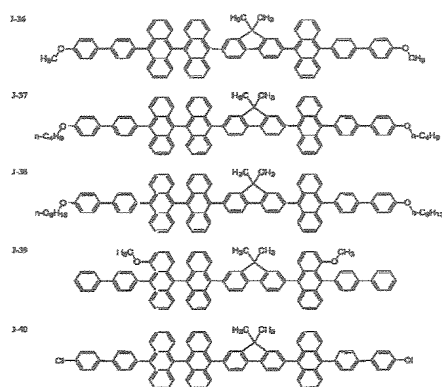
【0113】

【化97】



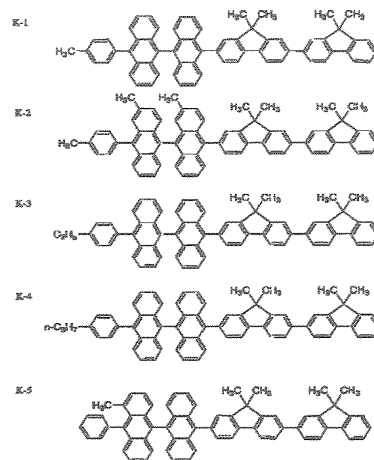
【0114】

【化98】



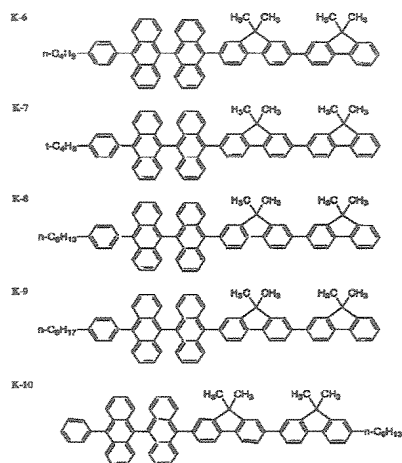
[0115]

[化99]



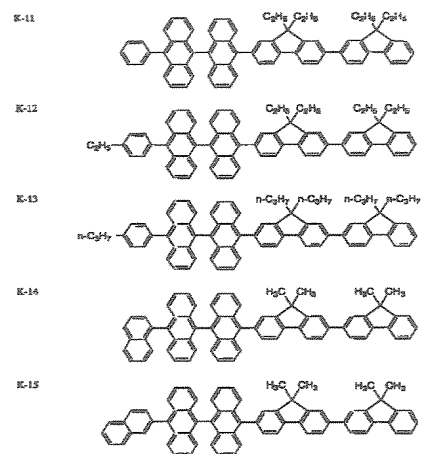
[0116]

[化100]



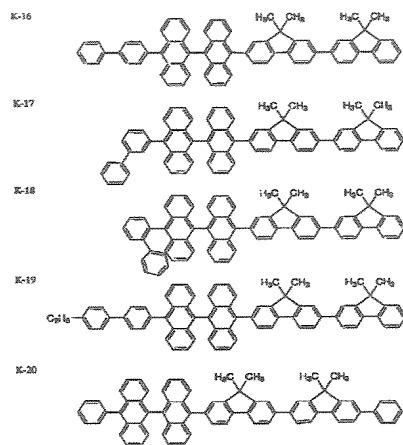
[0117]

[化101]



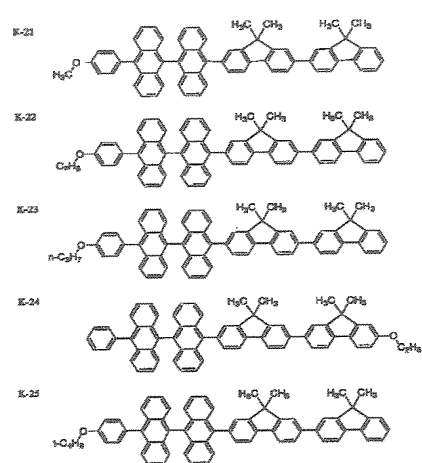
[0118]

[化102]



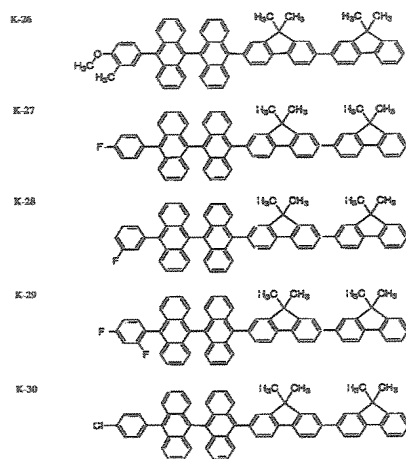
[0119]

【化103】



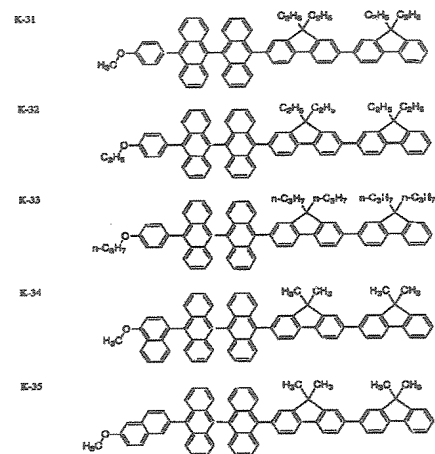
[0120]

【化104】



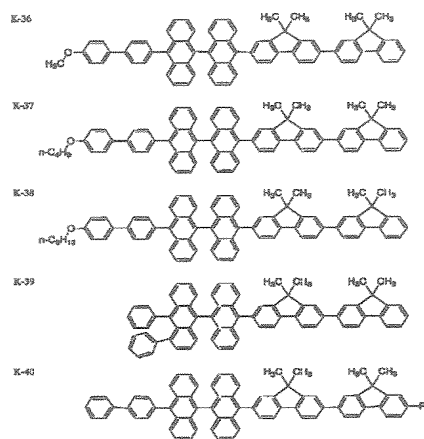
[0121]

【化105】



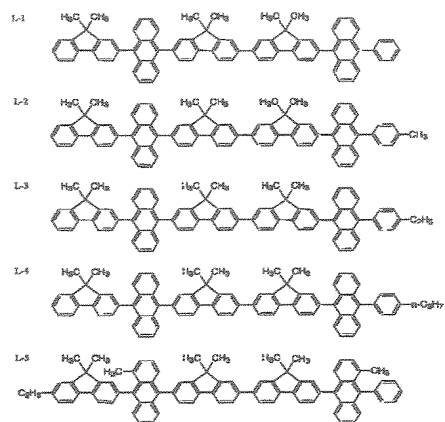
[0122]

【化106】



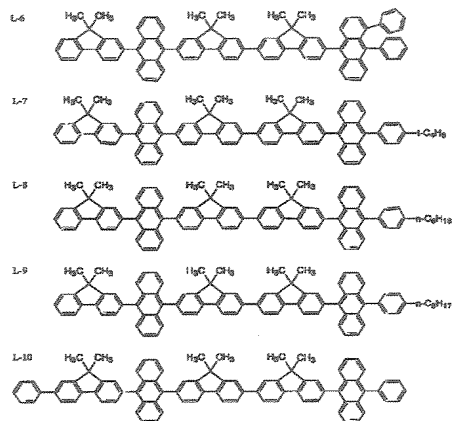
[0123]

[化107]



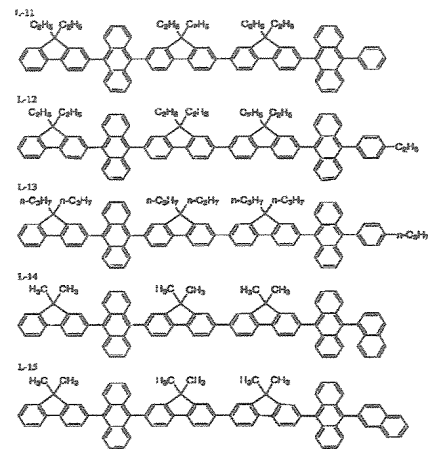
[0124]

[化108]



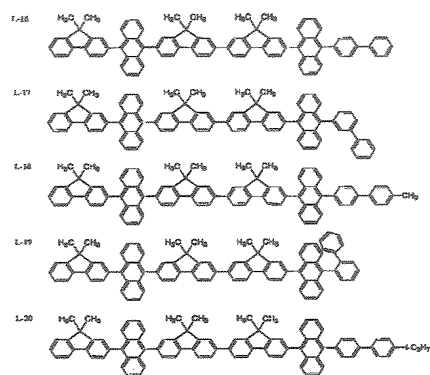
[0125]

[化109]



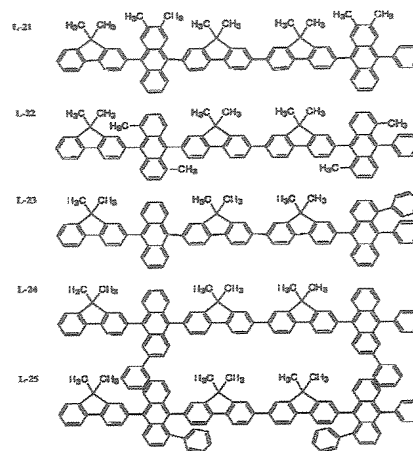
[0126]

[化110]



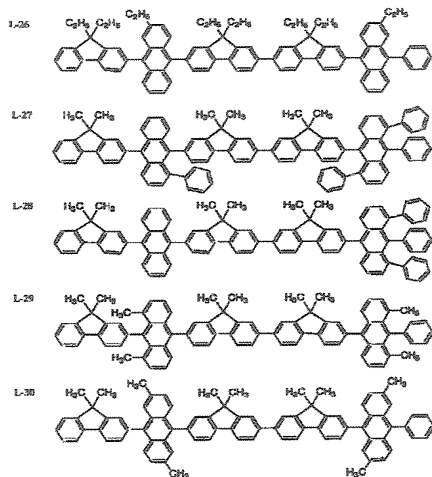
【0127】

【化111】



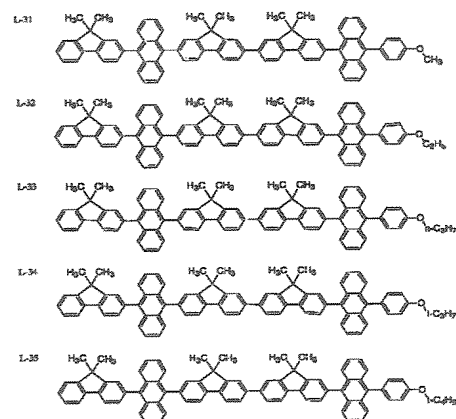
【0128】

【化112】



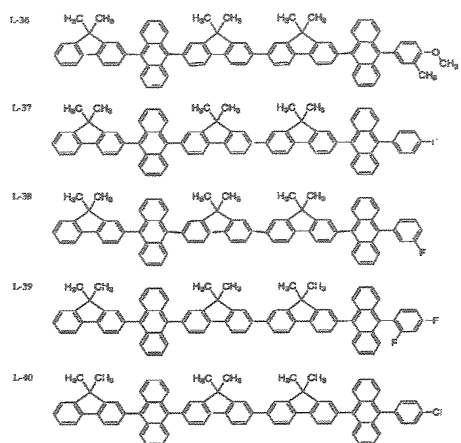
【0129】

【化113】



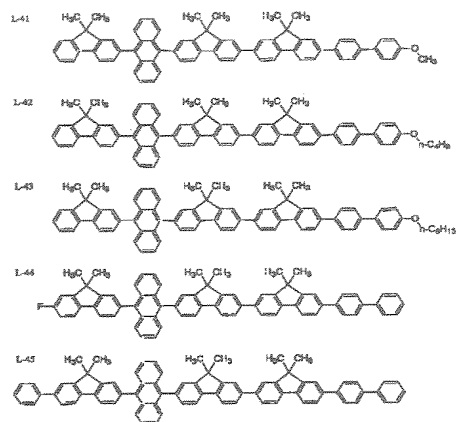
【0130】

【化114】



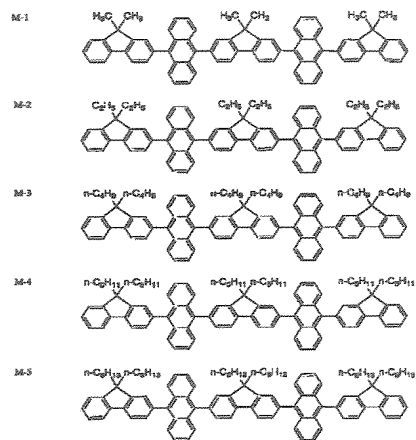
[0131]

[化115]



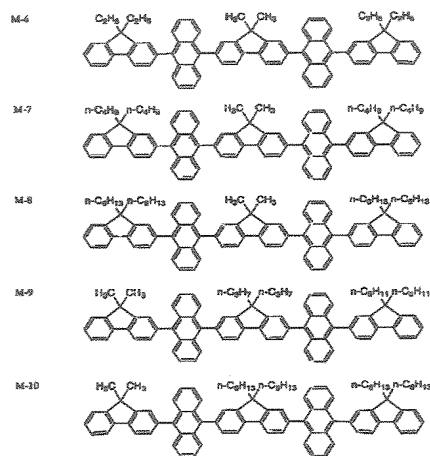
[0132]

[化116]



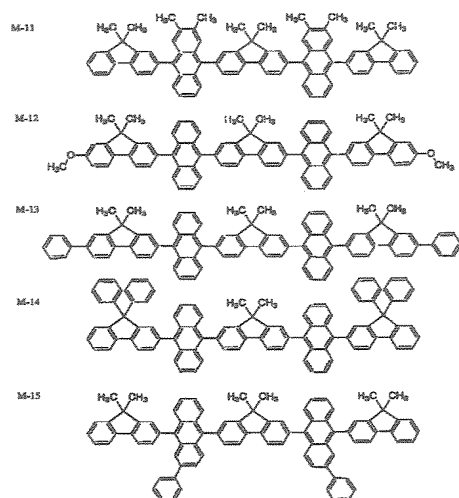
[0133]

[化117]



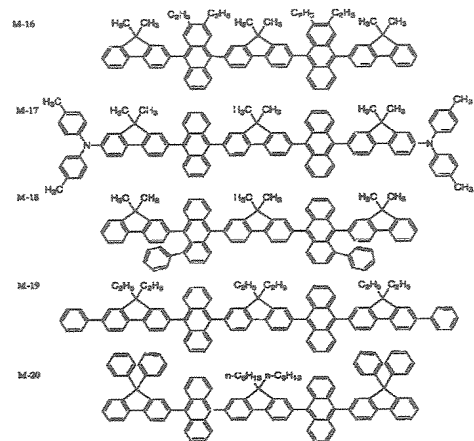
[0134]

[化118]



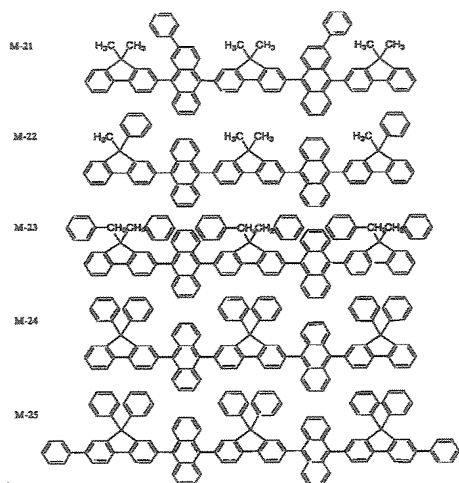
【0135】

【化119】



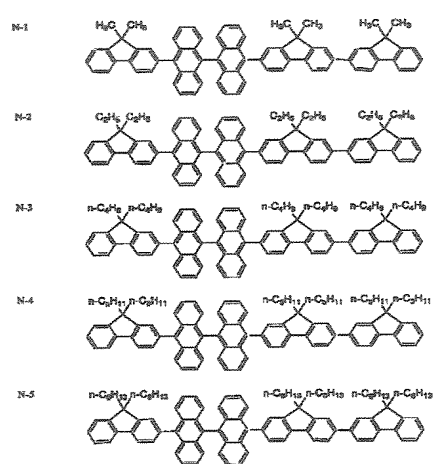
【0136】

【化120】



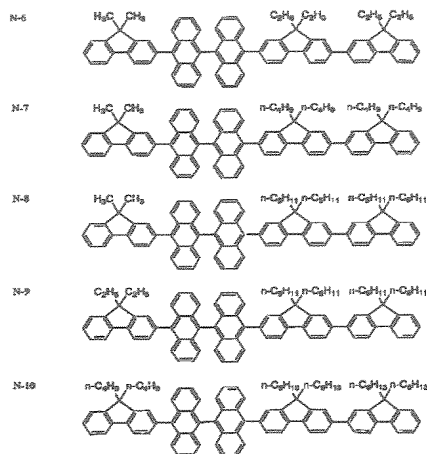
【0137】

【化121】



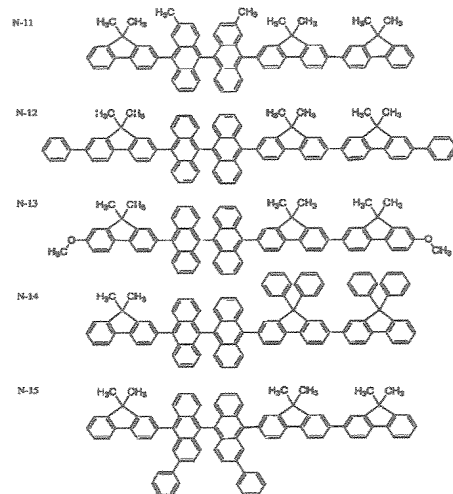
【0138】

【化122】



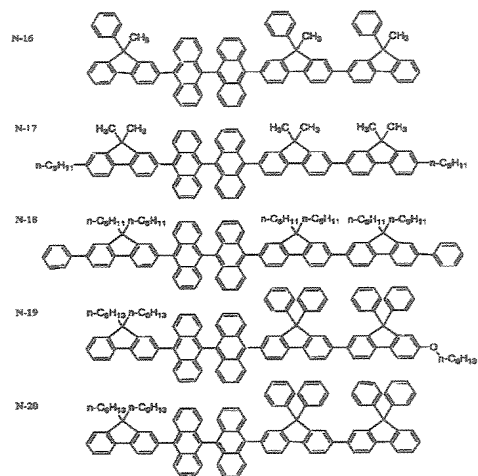
[0139]

[化123]



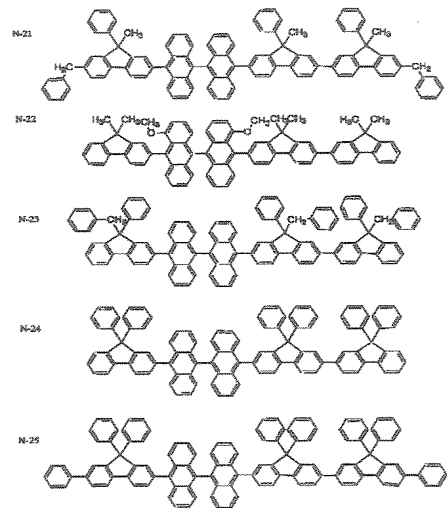
[0140]

[化124]



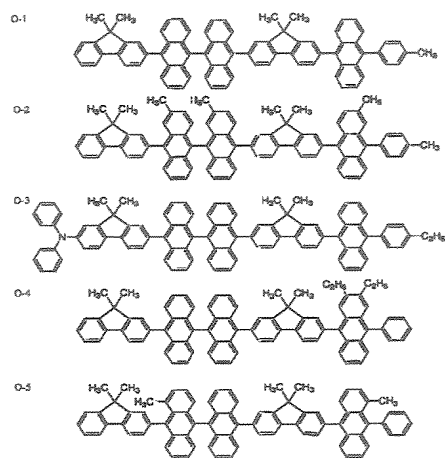
[0141]

[化125]



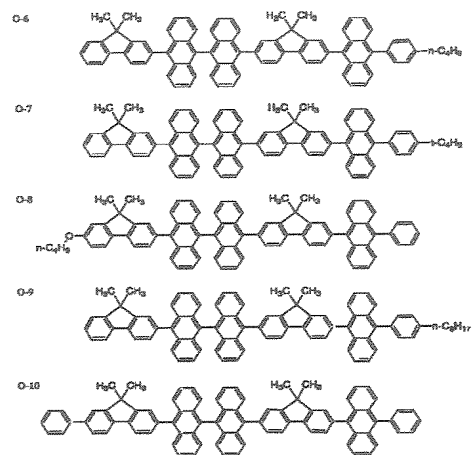
[0142]

[化126]



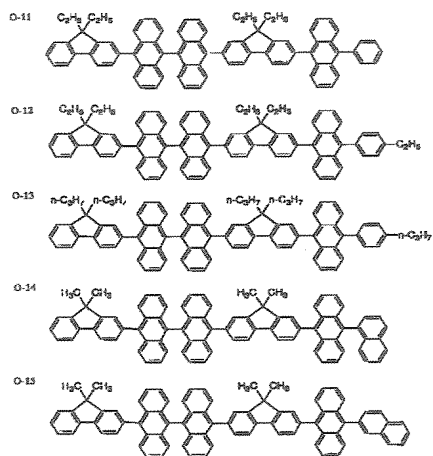
【0143】

【化127】



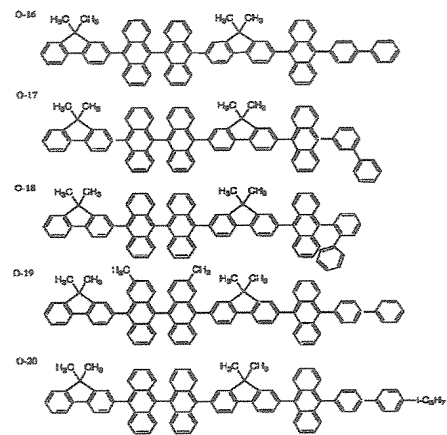
【0144】

【化128】



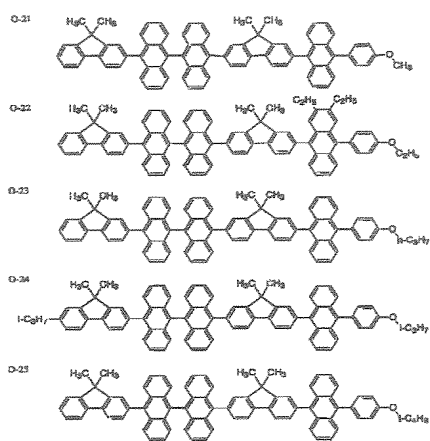
【0145】

【化129】



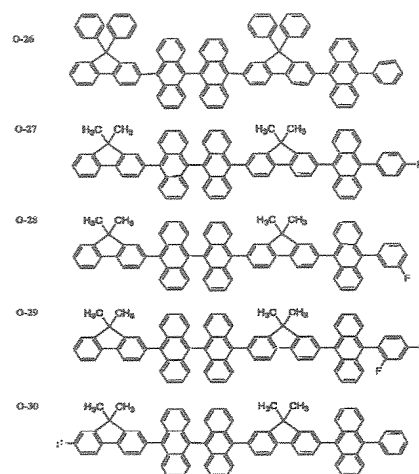
【0146】

【化130】



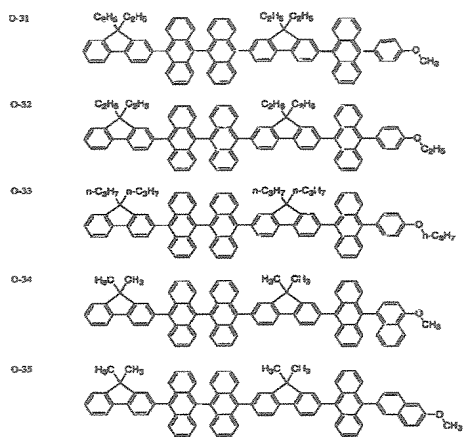
[0147]

[化131]



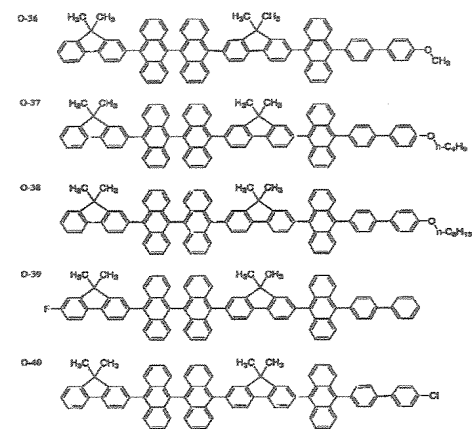
[0148]

[化132]



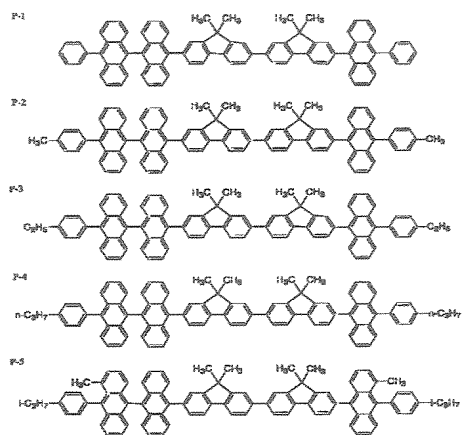
[0149]

[化133]



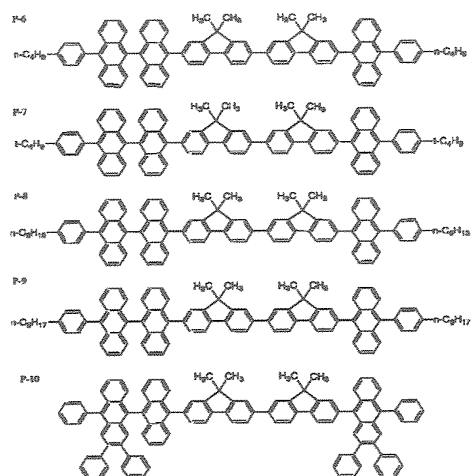
[0150]

[化134]



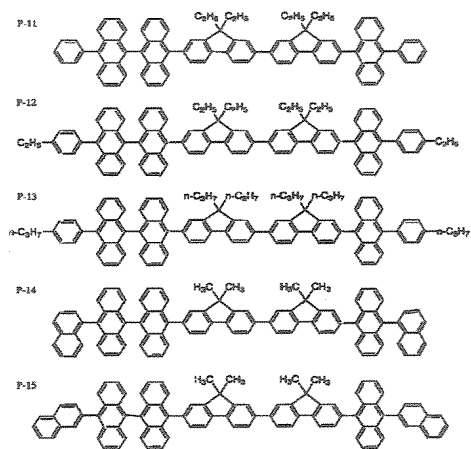
[0151]

【化135】



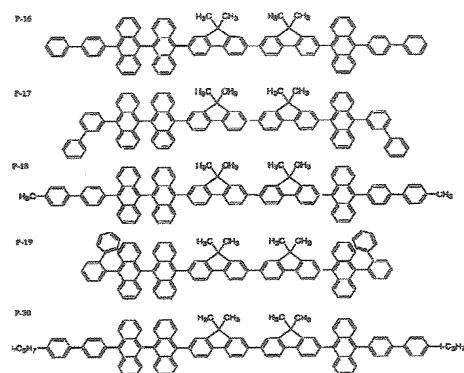
[0152]

【化136】



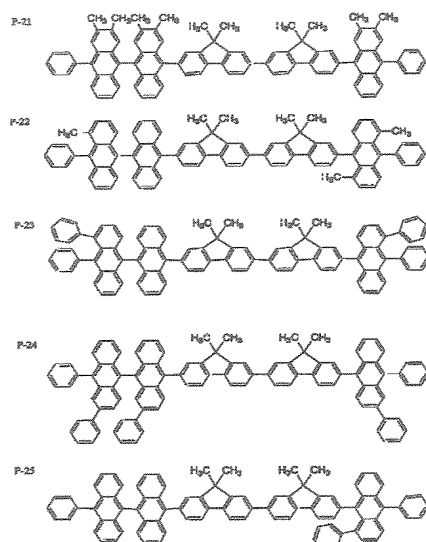
[0153]

【化137】



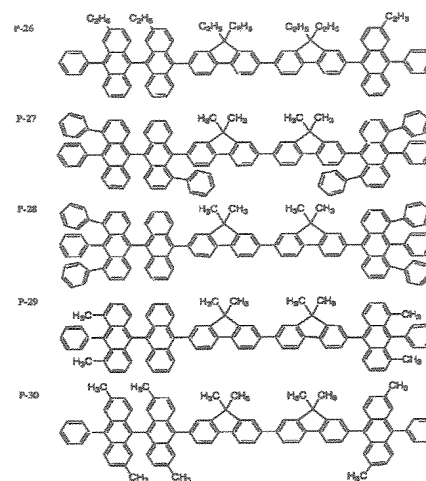
[0154]

【化138】



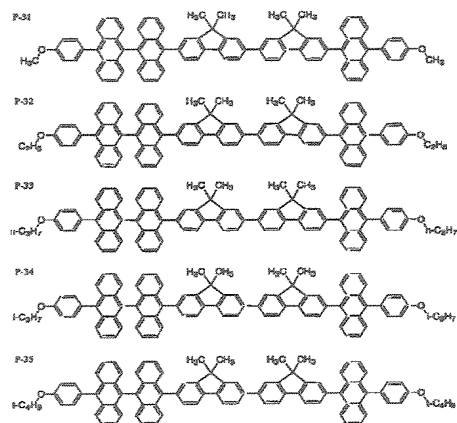
[0155]

【化139】



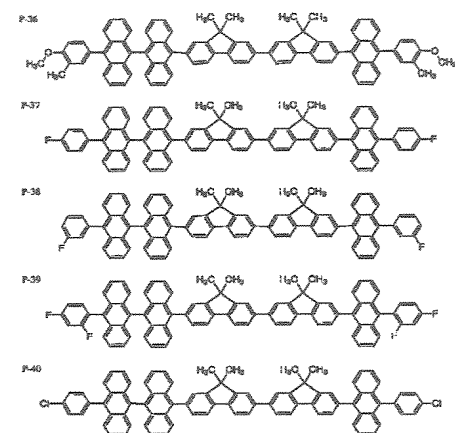
[0156]

【化140】



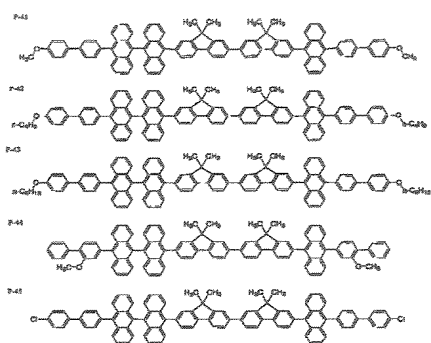
[0157]

【化141】



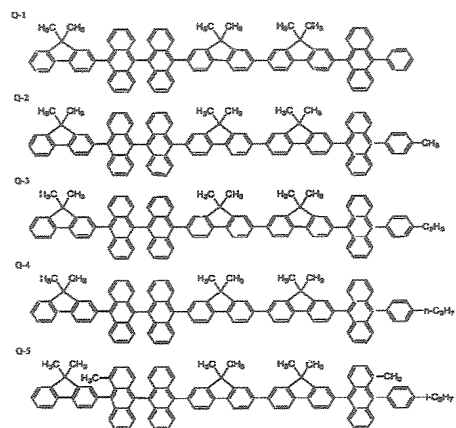
[0158]

【化142】



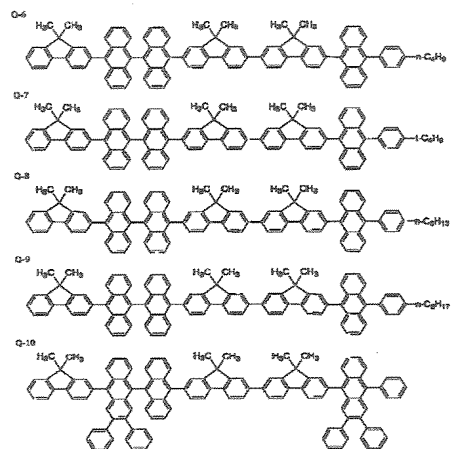
【0159】

【化143】



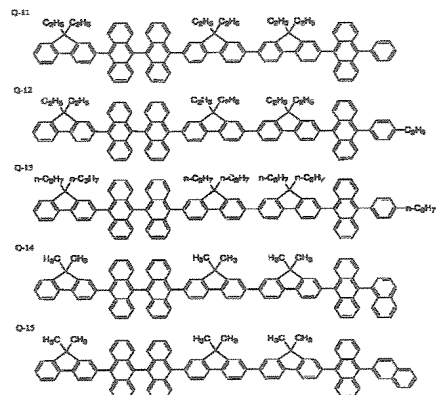
【0160】

【化144】



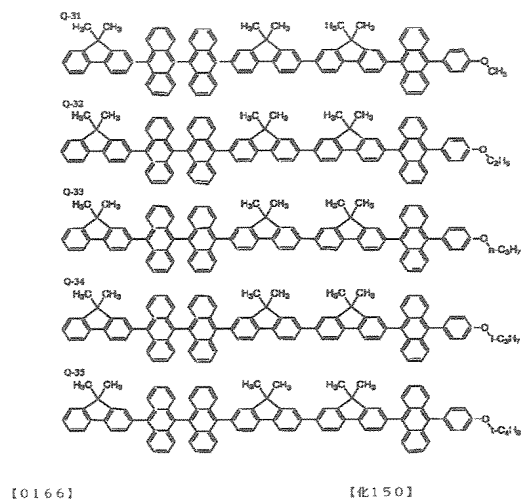
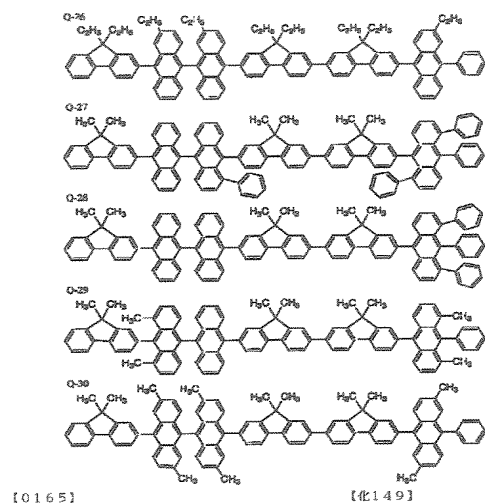
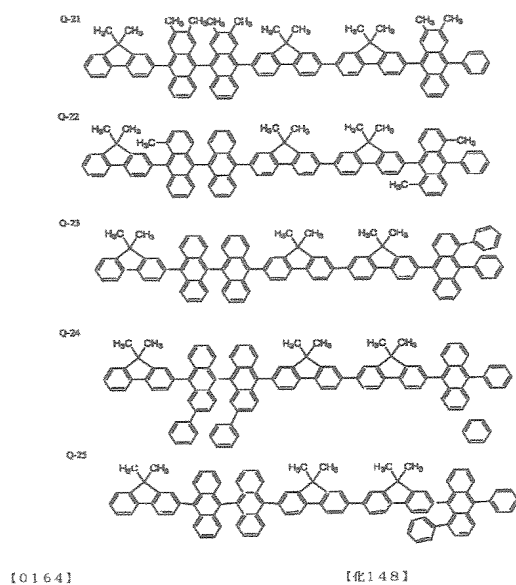
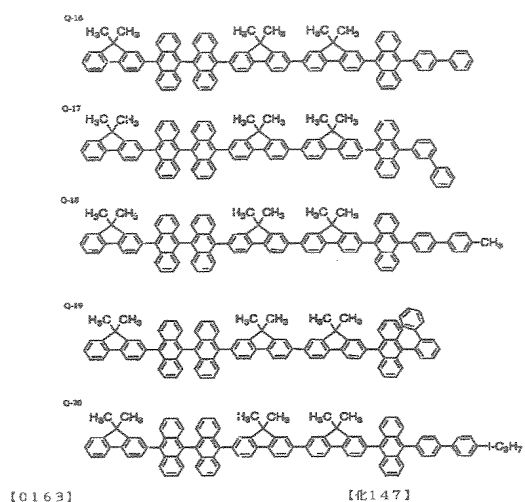
【0161】

【化145】



【0162】

【化146】



観覧席番号	観覧席名称	中心座席番号	有効観席数 (人)	観覧人数 (人)
2	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-6	398
3	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-6	398
4	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-6	398
5	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-11	398
6	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-13	400
7	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-14	398
8	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-17	398
9	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-18	398
10	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-21	400
11	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-23	397
12	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-25	401
13	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-26	398
14	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-28	398
15	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-29	398
16	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-30	398
17	オーロラホール1階(オーロラスタジアム)メインスタンド	オーロラスタジアムオーロラホールメインスタンド	A-33	398

【表2】

[illegible]

【表3】

[illegible]

【表4】

[illegible]

【表5】

[illegible]

【表7】

[illegible]

【表8】

[0193]

[0195]

【0194】

[0196]

(155) 02-154993 (P2002-154993A)

(156) 02-154993 (P2002-154993A)

[illegible]

101971 製造例63 例示化合物番号B-1の化合物の製造

1-オフェニルオクトラセン-9-イルホウ酸5、96g、2、7-ジヨード-9、9-ジメチルフルオレン4、46g、炭酸ナトリウム4、24gおよびテトラキス(トリフェニルオスフィン)パララム0、70gをトルエン(100ml)および水(50ml)中で5時間加熱回流した。反応混合物よりトルエンを留去した後、析出している固体をろ過した。この固体をシグマカルカスロルムエクスプレッサー(薄出液=トルエン)で処理した。トルエンを減圧下留去した後、残渣をトルエンとセプトンの混合溶媒を用いて再結晶し、例示化合物B-1の化合物を黄色の結晶として4、88gを得た。

質量分析: $m/z = 698$
元素分析: (C₅₅ H₄₈ O₄)

	C	H
計算値 (%)	94.52	8.48
測定値 (%)	94.56	8.44

融点250℃以上

前、この化合物は、300℃、 1×10^{-4} Paの条件下で昇華した。
 吸収極大(トルエン中) 420 nm
 [O198] 製造法4へ9
 製造法63において、10-フェニルアントラセン-9-
 ィルホルを酸と使用する代わりに、種々の有機酸誘導体
 を使用し、2-7-ジヨード-9-ジメチルアントラセン-9-
 イルを用いる方法により、種々のジハロゲン化合物を
 合成した以外は、製造法63に記された方法に従い、種々
 の化合物を製造した。表6-表8には使用した有機酸誘
 導体、およびジハロゲン化合物、ならびに製造した化合
 物を例示化合物番号で示した。また、トルエン中の吸収
 極大(nm)も併せて示した。尚、製造された化合物
 は、黄色〜橙黄色の結晶であり、それらの化合物の融点
 は、250℃以上である。

【0199】
【表6】

[0200]

【表7】

19291

【表8】

表 11

有機電界 発光素子	厚度 (μm)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例 50	2540	50
実施例 51	2350	54
実施例 52	2240	56
実施例 53	2380	54
実施例 54	2250	58
実施例 55	2470	56
実施例 56	2230	58
実施例 57	2250	63
実施例 58	2460	56
実施例 59	2340	53
実施例 60	2420	55
実施例 61	2520	56
実施例 62	2440	54
実施例 63	2350	53
実施例 64	2340	56
実施例 65	2330	54
実施例 66	2410	58
実施例 67	2390	56
実施例 68	2240	58
実施例 69	2350	54
実施例 70	2370	55
実施例 71	2420	56
実施例 72	2480	55
実施例 73	2510	56

[0208]

[表12]

表 12

有機電界 発光素子	厚度 (μm)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例 74	2380	53
実施例 75	2460	54
実施例 76	2340	58
実施例 77	2480	55
実施例 78	2350	54
実施例 79	2370	55
実施例 80	2410	53
実施例 81	2330	58
実施例 82	2340	55
実施例 83	2350	53
実施例 84	2350	55
実施例 85	2420	56
実施例 86	2340	56
実施例 87	2370	55
実施例 88	2320	56
実施例 89	2380	54
実施例 90	2350	56
実施例 91	2370	56
実施例 92	2340	58
実施例 93	2350	54
実施例 94	2370	58
実施例 95	2420	58
実施例 96	2480	55
実施例 97	2510	55

[0209]

[表13]

表 13

有機電界 発光素子	厚度 (μm)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例 98	2460	56
実施例 99	2380	55
比較例 1	1170	62
比較例 2	1650	74

5)、例示化合物番号H-1の化合物(実施例146)、例示化合物番号I-1の化合物(実施例147)、例示化合物番号I-4の化合物(実施例148)、例示化合物番号J-3の化合物(実施例149)、例示化合物番号K-3の化合物(実施例150)、例示化合物番号L-1の化合物(実施例151)、例示化合物番号M-1の化合物(実施例152)、例示化合物番号M-3の化合物(実施例153)、例示化合物番号M-5の化合物(実施例154)、例示化合物番号M-14の化合物(実施例155)、例示化合物番号M-20の化合物(実施例156)、例示化合物番号M-22の化合物(実施例157)、例示化合物番号M-24の化合物(実施例158)、例示化合物番号N-1の化合物(実施例159)、例示化合物番号O-3の化合物(実施例160)、例示化合物番号P-1の化合物(実施例161)、例示化合物番号Q-1の化合物(実施例162)を使用した以外は、実施例100に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾爆雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、青色～青緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を表14～表16に示した。

【0212】
[表14]

表 14

有機電界 発光素子	厚度 (μm)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例 101	2450	56
実施例 102	2470	54
実施例 103	2440	54
実施例 104	2330	56
実施例 105	2580	57
実施例 106	2590	56
実施例 107	2520	54
実施例 108	2480	56
実施例 109	2520	57
実施例 110	2480	54
実施例 111	2540	55
実施例 112	2590	57
実施例 113	2480	57
実施例 114	2520	56
実施例 115	2490	56
実施例 116	2550	54
実施例 117	2640	58
実施例 118	2470	56
実施例 119	2450	56
実施例 120	2620	54
実施例 121	2610	54
実施例 122	2570	56
実施例 123	2550	55
実施例 124	2580	56

【0210】実施例100

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を酸素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を $4 \times 10^{-4}\text{Pa}$ に減圧した。まず、ITO透明電極上に、4,4',4"-トリス(N-(3"-メチルフェニル)-N'-フェニルアミノ)トリフェニルアミンを蒸着速度0.1nm/secで、50nmの厚さに蒸着し、第一正孔注入輸送層とした。次いで、4,4',4"-トリス(N'-フェニル-N-(1"-ナフチル)アミノ)ビスフェニルと例示化合物番号A-5の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで20nmの厚さに共蒸着(重量比100:5:0)し、第二正孔注入輸送層を兼ねた発光層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで20nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾爆雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、 $6.2\text{mA}/\text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度 $2620\text{cd}/\text{m}^2$ の青緑色の発光が確認された。

【0211】実施例101～162

実施例100において、発光層の形成に際して、例示化合物A-5の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-6の化合物(実施例101)、例示化合物番号A-8の化合物(実施例102)、例示化合物番号A-9の化合物(実施例103)、例示化合物番号A-11の化合物(実施例104)、例示化合物番号A-14の化合物(実施例105)、例示化合物番号A-17の化合物(実施例106)、例示化合物番号A-19の化合物(実施例107)、例示化合物番号A-21の化合物(実施例108)、例示化合物番号A-23の化合物

(実施例109)、例示化合物番号A-40の化合物(実施例110)、例示化合物番号A-43の化合物(実施例111)、例示化合物番号A-45の化合物(実施例112)、例示化合物番号A-47の化合物(実施例113)、例示化合物番号A-53の化合物(実施例114)、例示化合物番号A-55の化合物(実施例115)、例示化合物番号A-58の化合物(実施例116)、例示化合物番号B-1の化合物(実施例117)、例示化合物番号B-2の化合物(実施例118)、例示化合物番号B-6の化合物(実施例119)、例示化合物番号B-9の化合物(実施例120)、例示化合物番号B-12の化合物(実施例121)、例示化合物番号B-14の化合物(実施例122)、例示化合物番号B-17の化合物(実施例123)、例示化合物番号B-19の化合物(実施例124)、例示化合物番号B-21の化合物(実施例125)、例示化合物番号B-25の化合物(実施例126)、例示化合物番号B-40の化合物(実施例127)、例示化合物番号B-43の化合物(実施例128)、例示化合物番号B-45の化合物(実施例129)、例示化合物番号B-47の化合物(実施例130)、例示化合物番号B-53の化合物(実施例131)、例示化合物番号B-55の化合物(実施例132)、例示化合物番号B-58の化合物(実施例133)、例示化合物番号C-1の化合物(実施例134)、例示化合物番号C-3の化合物(実施例135)、例示化合物番号C-5の化合物(実施例136)、例示化合物番号C-12の化合物(実施例137)、例示化合物番号C-14の化合物(実施例138)、例示化合物番号C-20の化合物(実施例139)、例示化合物番号C-25の化合物(実施例140)、例示化合物番号D-1の化合物(実施例141)、例示化合物番号D-8の化合物(実施例142)、例示化合物番号E-1の化合物(実施例143)、例示化合物番号F-3の化合物(実施例144)、例示化合物番号G-1の化合物(実施例145)

実施例208において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-53の化合物を使用する代わりに、例示化

化合物番号B-53の化合物を使用した以外は、実施例208に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、1.5Vの直流電圧を印加したところ、6.2mA/cm²の電流が流れた。輝度970cd/m²の青色の発光が確認された。

【0257】実施例210
厚さ200nmのITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスをを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4×10⁻⁴Paに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス（N-フェニル-N-（1'-ナフチル）アミノ）ビフェニルを蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス（8-キノリノラト）アルミニウムと例示化合物番号A-5の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着（重量比100：3.0）し、発光層とした。次に、トリス（8-キノリノラト）アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作成した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、1.0mA/cm²の定電流密度で連続駆動させた。初期には、6.7V、輝度520cd/m²の青緑色の発光が確認された。輝度の平

表18

有機電界 発光素子	膜層特性		半減期 [hr]
	厚度 [nm]	電圧 [V]	
実施例211	530	6.5	2400
実施例212	550	6.4	2300
実施例213	540	6.6	2400
実施例214	560	6.5	2500
実施例215	540	6.8	2300
実施例216	540	6.5	2500
実施例217	530	6.5	2400
実施例218	560	6.4	2200
比較例4	430	7.2	900

【0261】

【発明の効果】本発明により、発光輝度に優れ、発光寿命の長い有機電界発光素子を提供することが可能になった。さらに、該発光素子に連した炭化水素化合物を提供することが可能になった。

減期は2400時間であった。

【0258】実施例211～218

実施例210において、例示化合物番号A-5の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-6の化合物（実施例211）、例示化合物番号A-23の化合物（実施例212）、例示化合物番号B-1の化合物（実施例213）、例示化合物番号B-24の化合物（実施例214）、例示化合物番号C-1の化合物（実施例215）、例示化合物番号C-28の化合物（実施例216）、例示化合物番号M-1の化合物（実施例217）を使用した以外は、実施例210に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子から、乾燥雰囲気下、1.0mA/cm²の定電流密度で連続駆動させた。それぞれの素子からは青色～青緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を表18に示した。

【0259】比較例4

実施例210において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-5の化合物を使用する代わりに、9,10-ジフェニルアントラセンを使用した以外は、実施例210に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、1.0mA/cm²の定電流密度で連続駆動させた。素子からは青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を表18に示した。

【0260】

【表18】

【図面の簡単な説明】

【図1】陽極／正孔注入輸送層／発光層／電子注入輸送層／陰極型素子の概略を示す構造図である。
【図2】陽極／正孔注入輸送層／発光層／陰極型素子の概略を示す構造図である。

【図3】陽極／発光層／電子注入輸送層／陰極型素子の概略を示す構造図である。

【図4】陽極／発光層／陰極型素子の概略を示す構造図である。

【図5】発光層を電子注入輸送層で挟み込んだ型の素子である陽極／正孔注入輸送層／電子注入輸送層／発光層／電子注入輸送層／陰極型素子の概略を示す構造図である。

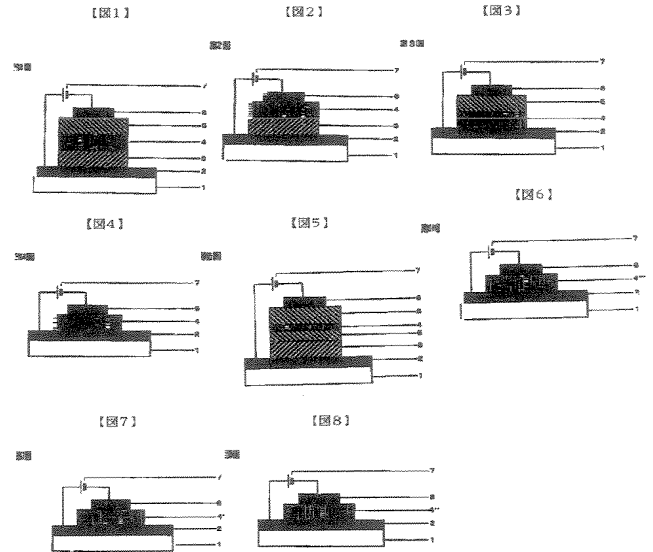
【図6】図4の型の素子構成が発光成分を一層形態で一方の電極面に挟持させた型の素子を包含するものであるが、さらには、例えば、正孔注入輸送成分、発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一方の電極面に挟持させた型の素子の概略を示す構造図である。

【図7】正孔注入輸送成分および発光成分を混合させた一層形態で一方の電極面に挟持させた型の素子の概略を示す構造図である。

【図8】発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一方の電極面に挟持させた型の素子の概略を示す構造図である。

【符号の説明】

- 1 : 基板
- 2 : 陽極
- 3 : 正孔注入輸送層
- 3a : 正孔注入輸送成分
- 4 : 発光層
- 4a : 発光成分
- 5 : 電子注入輸送層
- 5a : 電子注入輸送成分
- 6 : 陰極
- 7 : 電源



フロントページの続き

(51)Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	(参考)
C07C 211/61		C07C 211/61	
C07D 213/16		C07D 213/16	
213/24		213/24	
333/18		333/18	
C09K 11/06	610	C09K 11/06	610
	660		660
	690		690
H05B 33/14		H05B 33/14	B
33/22		33/22	B
			D

(72)発明者	田辺 良清	Fターム(参考)	3K007 AB00 AB02 AB03 AB04 AB06
	千葉県袖ヶ浦市長渚580番32 三井化学株式会社内		AB16 BR06 CA01 CA02 CA05
			CA06 CB01 DA00 DA01 DB03
			EB00 FA01 FA03
(72)発明者	戸谷 由之		4C055 AA01 BA01 BA02 BA05 BA08
	千葉県袖ヶ浦市長渚580番32 三井化学株式会社内		BA25 CA01 CA02 CA08 CA25
			DA01 EA01
(72)発明者	中塚 正勝		4H006 AA01 AB92 EA34 GP03
	千葉県袖ヶ浦市長渚580番32 三井化学株式会社内		